

**THIS PAGE IS INSERTED BY OIPE SCANNING  
AND IS NOT PART OF THE OFFICIAL RECORD**

### **Best Available Images**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

**BLACK BORDERS**

**TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

**FADED TEXT**

**BLURRY OR ILLEGIBLE TEXT**

**SKEWED/SLANTED IMAGES**

**COLORED PHOTOS HAVE BEEN RENDERED INTO BLACK AND WHITE**

**VERY DARK BLACK AND WHITE PHOTOS**

**UNDECIPHERABLE GRAY SCALE DOCUMENTS**

**IMAGES ARE THE BEST AVAILABLE  
COPY. AS RESCANNING *WILL NOT*  
CORRECT IMAGES, PLEASE DO NOT  
REPORT THE IMAGES TO THE  
PROBLEM IMAGE BOX.**



## The Delphion Integrated View

Buy Now: [More choices...](#)

Tools: Add to Work File: ☐ Create new Work File ☒

View: [INPADOC](#) | Jump to:   Go to: [Derwent...](#)

☒ [Email this to a friend](#)

🔍 Title: **JP7290627A2: NONWOVEN FABRIC LAMINATE SUPERIOR IN LIQUID RETENTION**

🔍 Country: **JP Japan**

🔍 Kind: **A**

🔍 Inventor: **KAIMAI NORIMITSU;  
KUNO TAKAO;**

🔍 Assignee: **TONEN CHEM CORP**  
[News, Profiles, Stocks and More about this company](#)

🔍 Published / Filed: **1995-11-07 / 1994-04-28**

🔍 Application Number: **JP1994000111936**

🔍 IPC Code: **B32B 5/26; C08J 7/18; D06M 14/28; H01M 2/16;**

🔍 Priority Number: **1994-04- JP1994000111936**

🔍 Abstract:

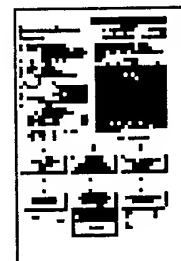
**PURPOSE:** To obtain a substrate having liquid retention characteristics so high that it can retain liquid, such as electrolyte, at a high rate and keep its high retentivity even if being pressurized after retaining liquid once by a method wherein a laminate is made of a three-layer nonwoven fabric in which an intermediate layer is made of a nonwoven fabric of a rough structure and each outer layer is made of a nonwoven fabric of a dense structure.

**CONSTITUTION:** A nonwoven fabric laminate is made of a three-layer nonwoven fabric in which each outer layer is made of a dense nonwoven fabric and an intermediate layer is made of a rough nonwoven fabric. The dense nonwoven fabric forming each outer layer preferably has an average fiber diameter of 0.05-15 $\mu$ m and is desirably produced by spraying melt fiber in a melt blow method in consideration of liquid retention characteristics and the like required as a battery separator and the like. If the dense nonwoven fabric forming each outer layer has an average fiber diameter less than 0.05 $\mu$ m, electrolyte or other liquid is hard to infiltrate into the laminate, and the laminate is hard to produce. On the other hand, if more than 15 $\mu$ m, liquid retained once is released by being pressurized. Therefore, a dense nonwoven fabric out of this range is insufficient in liquid retention characteristics as the requirement of a battery separator and the like.

**COPYRIGHT:** (C)1995,JPO

🔍 Family: **None**

🔍 Other Abstract Info: **CHEMABS 124(10)120072A CAN124(10)120072A DERABS C96-016231 DERC96-016231**

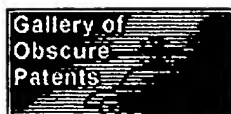


[View Image](#)

1 pag



Click Here  
to order  
Patent  
Plaques



[Nominate](#)

[this for the Gallery...](#)

© 1997-2003 Thomson Delphion

[Research Subscriptions](#) | [Privacy Policy](#) | [Terms & Conditions](#) | [Site Map](#) | [Contact Us](#)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-290627

(43) 公開日 平成7年(1995)11月7日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 3 2 B 5/26		7421-4F		
C 0 8 J 7/18				
D 0 6 M 14/28				
H 0 1 M 2/16	P			
			D 0 6 M 14/ 28	
			審査請求 未請求 請求項の数 6 F D (全 7 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号 特願平6-111936

(22) 出願日 平成6年(1994)4月28日

(71) 出願人 000221627

東燃化学株式会社  
東京都中央区築地4丁目1番1号

(72) 発明者 開米 教充

神奈川県川崎市川崎区千鳥町3番1号 東  
燃化学株式会社技術開発センター内

(72) 発明者 久野 貴雄

神奈川県川崎市川崎区千鳥町3番1号 東  
燃化学株式会社技術開発センター内

(74) 代理人 弁理士 佐藤 良博

(54) 【発明の名称】 保液性に優れた不織布積層体

(57) 【要約】

【構成】 中間層が繊維径15～100 $\mu$ m、目付け5～270g/m<sup>2</sup>の粗い構造の不織布で、両外層が繊維径0.05～15 $\mu$ m、目付け5～270g/m<sup>2</sup>の密の構造の不織布より成る三層構造のポリオレフィン系繊維不織布及びこれに低級アルコールを用いてラジカル重合性化合物をグラフト重合させた不織布。

【効果】 保液特性が良好で、電解液の保持率が高いとともに、一旦保持させた後に、更に、加圧処理を施してもその液保持率が高く、従来よりも低グラフト化率で十分な保液特性のものを得ることができ、電子線照射による基材の劣化を最低限に押さえることができ、グラフト化反応時間の短縮から生産効率を向上することができ、電池用セパレータとして有効。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】中間層が粗い構造の不織布で、両外層が密の構造の不織布の三層構造の不織布より成ることを特徴とする保液性に優れた不織布積層体。

【請求項2】三層構造の各不織布が、ポリオレフィン系繊維より成る、請求項1に記載の保液性に優れた不織布積層体。

【請求項3】三層構造の不織布積層体における各不織布の充填率が1～60%で、密の構造の不織布を構成する平均繊維径が0.05～15 $\mu$ mで、目付けが5～270g/m<sup>2</sup>で、目付けを基準とした三層構造における割合が10～90%で、粗い構造の不織布を構成する平均繊維径が15～100 $\mu$ mで、目付けが5～270g/m<sup>2</sup>で、目付けを基準とした三層構造における割合が90～10%である、請求項1～2いずれか1項に記載の保液性に優れた不織布積層体。

【請求項4】三層構造の不織布積層体に、放射線またはプラズマ照射により、ラジカル重合性化合物をグラフト重合させて成ることを特徴とする、請求項1～3いずれか1項に記載の保液性に優れた不織布積層体。

【請求項5】三層構造の不織布積層体に、低級アルコールを15vol%以上添加した、極性を有するラジカル重合性化合物を含む溶液を接触させた後、放射線またはプラズマを照射し、当該ラジカル重合性化合物を前記不織布積層体にグラフト重合させる、請求項1～4いずれか1項に記載の保液性に優れた不織布積層体。

【請求項6】不織布積層体が、電解液の保液性に優れたアルカリ電池のセパレータ用である、請求項1～5いずれか1項に記載の保液性に優れた不織布積層体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、保液性に優れた不織布積層体に関し、特に、電解液の保液性に優れ、アルカリ電池のセパレータ用として有用な三層構造のポリオレフィン系不織布積層体に関する。

## 【0002】

【従来の技術】アルカリ電池用セパレータとしては、主に、ナイロン、ポリプロピレン製不織布等が用いられているが、前者はアルカリ電解液中での分解性を有するため、最近では後者が用いられることが多い。しかし、ポリプロピレンは疎水性である為、基材に電解液がしみ込みにくく、電解液を一旦保持しても加圧することによって電解液は逃げてしまう。その為、電池用セパレータとして要求される保液特性が不充分であった。その改善方法として、ポリプロピレン製不織布に界面活性剤を含浸させたり、アクリル酸等の親水性モノマーをグラフト化させたものがあった。なお、ここにおける保液特性とは、電解液の保持率と電解液を十分に保持させた後に、更に、加圧処理を施した後の電解液保持率とを総称しての概念である。

【0003】しかし、単層のポリプロピレン製不織布では、電池セパレータとして要求される保液特性を満足させることはできない。また、永久親水性を付与させるべくアクリル酸モノマーを電子線グラフト重合させた場合、保液特性を満足させるには、グラフト率を高くする必要があり、生産効率の低下、放射線による基材の劣化に繋がる。すなわち、高いグラフト化率のものを得るには、電子線照射条件、あるいはグラフト反応条件を厳しくすればよいが、基材の劣化を招いたり、生産効率の低下（反応時間の延長、反応温度高、モノマー量の増加等）に繋がり好ましいものではない。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、かかる状況下に鑑み、基材の保液特性が良好で、電解液等の液保持率が高いとともに、一旦保持させた後に、更に、加圧処理を施してもその液保持率の高い基材を得ることにある。また、本発明の目的は、従来よりも低グラフト化率で十分な保液特性を得ることができ、それにより、電子線照射による基材の劣化を最低限に押さえることができ、また、グラフト化反応時間の短縮から生産効率を向上することができる技術を提供することにある。本発明は、特に、電池用セパレータとして使用した場合に、保液特性が良好で、電解液保持率が高いとともに、一旦保持させた後に、更に、加圧処理を施してもその電解液保持率の高いポリオレフィン系基材を得ることにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、中間層が粗い構造の不織布で、両外層が密の構造の不織布の三層構造の不織布より成ることを特徴とする保液性に優れた不織布積層体、および、当該三層構造の不織布積層体に、放射線またはプラズマ照射により、ラジカル重合性化合物をグラフト重合させて成る不織布積層体、特に、アルカリ電池のセパレータ用に有用な不織布積層体に係り、好ましい実施態様として、当該三層構造の各不織布が、ポリオレフィン系繊維より成ること、三層構造の不織布積層体における各不織布の充填率が1～60%であること、密の構造の不織布を構成する平均繊維径が0.05～15 $\mu$ mで、目付けが5～270g/m<sup>2</sup>で、目付けを基準とした三層構造における割合が10～90%で、粗い構造の不織布を構成する平均繊維径が15～100 $\mu$ mで、目付けが5～270g/m<sup>2</sup>で、目付けを基準とした三層構造における割合が90～10%であること、前記グラフト重合させて成る不織布積層体（以下、グラフト化不織布積層体ということもある）が、三層構造の不織布積層体に、低級アルコールを15vol%以上添加した、極性を有するラジカル重合性化合物を含む溶液を接触させた後、放射線を照射し、当該ラジカル重合性化合物をグラフト重合させて成るグラフト化不織布積層体に係るものである。

【0006】本発明の不織布積層体は、三層構造の不織

布積層体により構成される。当該不織布積層体は、両外層が密の不織布で、中間層が粗い不織布により構成されることが必要である。当該不織布は、乾式法によるものでも、湿式法によるものでも良く、接着剤使用の有無を問わず、メルトブロー法で形成されたものでも、スパンボンド法で形成されたものでも、スパンレース法、カード法、抄紙法、乾式サーマルボンド法等によったものでもよい。両外層を構成する密の不織布は、その平均繊維径が $0.05 \sim 15 \mu\text{m}$ であることが好ましく、電池用セパレータ等として要求される保液特性などを考慮すると、溶融繊維の吹付けによるメルトブロー法で形成されたものが好ましい。両外層を構成する密の不織布の平均繊維径が $0.05 \mu\text{m}$ 未満では、積層体に電解液等の液がしみ込みにくくなり、また、製造も困難となる。一方、 $15 \mu\text{m}$ を超えると、液を一旦保持しても加圧することによって液が逃げてしまい、したがって、当該範囲を逸脱すると、電池用セパレータ等として要求される保液特性が不十分となる。中間層を構成する粗い不織布は、その平均繊維径が $15 \sim 100 \mu\text{m}$ であることが好ましく、この場合には、特にその製法にこだわらないで、各種の方法で形成された不織布が使用できる。中間層を構成する粗い不織布の平均繊維径が $15 \mu\text{m}$ 未満では、積層体に電解液等の液がしみ込みにくくなり、一方、 $100 \mu\text{m}$ を超えると、液を一旦保持しても加圧することによって液が逃げてしまい、したがって、当該範囲を逸脱すると、電池用セパレータ等として要求される保液特性が不十分となる。これら両外層を構成する密の不織布および中間層を構成する粗い不織布の目付けは、それぞれ $5 \sim 270 \text{ g/m}^2$ であることが好ましい。目付けが、当該範囲を逸脱すると、積層体に電解液等の液がしみ込みにくくなり、液を一旦保持しても加圧することによって液が逃げてしまい、電池用セパレータ等として要求される保液特性が不十分となる。本発明の不織布積層体は、その断面構造が、厚さ方向において、密な構造の不織布／粗い構造の不織布／密な構造の不織布となる。当該三層構造の不織布積層体における各不織布の充填率は、 $1 \sim 60\%$ であることが好ましい。ここに、充填率とは、端的には、不織布のふかふかの度合いで、次の式から導かれる。目付け／（不織布の繊維を構成するポリマーの密度  $\times$  不織布の厚み）を、 $100$  倍した値（％）である。各不織布の充填率が、 $1\%$ 未満では、空隙率が大きすぎて液を保持することができない。一方、 $60\%$ を超えても、ふかふかの度合いが不足し、積層体に電解液等の液がしみ込みにくくなり、液を一旦保持しても加圧することによって液が逃げてしまう。当該事項を考慮すると、当該充填率は、 $5 \sim 30\%$ であることがより好ましい。本発明の不織布積層体においては、両外層を構成する密の不織布の全体に占める割合が、多すぎてもまた少なすぎても、保液特性が良好なものが得られず、この事は、中間層を構成する粗い不織

布についてもいえる。両外層を構成する密の不織布の目付けを基準とした三層構造における割合は、 $10 \sim 90\%$ であることが好ましく、中間層を構成する粗い不織布の同割合は $90 \sim 10\%$ であることが好ましい。両外層を構成する密の不織布割合が $10\%$ 未満で、中間層を構成する粗い不織布割合が $90\%$ を超える場合には、液を一旦保持しても加圧することによって液が逃げてしまい、電池用セパレータ等として要求される保液特性が不十分となる。一方、両外層を構成する密の不織布割合が $90\%$ を超え、中間層を構成する粗い不織布割合が $10\%$ 未満の場合には、積層体に電解液等の液がしみ込みにくくなり、電池用セパレータ等として要求される保液特性が不十分となる。不織布積層体全体の目付（ $\text{g/m}^2$ ）は、 $10 \sim 300 \text{ g/m}^2$ であることが好ましく、より好ましくは $30 \sim 80 \text{ g/m}^2$ である。また、その全体の厚みは、用途によっても異なるが、例えば電池用セパレータとしてのカレンダー処理後の厚みとしては $200 \mu\text{m}$ 以下が、全体の軽量化や電極の活性物質増加によるエネルギー密度の向上の上から好ましい。本発明の不織布積層体は、例えば、粗い不織布を中間層として、その内外層に密の不織布を積層し、その端部をインパルスシーラー等を用いて圧着することにより形成することができる。

【0007】本発明の不織布積層体を構成するのに使用される各不織布は、例えば、ポリプロピレン（以下、PPという場合もある）、ポリエチレン（以下、PEという場合もある）等のポリオレフィン、ポリエステル、ポリフェニレンスルフィド（PPS）などの繊維により構成される。就中、アルカリ電池用セパレータの使用を考慮すると、PP、PE等のポリオレフィン系繊維特にポリプロピレン系繊維からなるものが好ましい。また、ポリオレフィン系繊維は、非極性で、その表面等を放射線等照射によるグラフト法により改質しようとする場合、その表面でグラフトモノマーがはじかれてしまい、グラフト化率の向上につながらないことが多いからである。当該ポリプロピレン系繊維を構成するポリプロピレンとしては、ホモポリプロピレンまたはプロピレンとエチレンもしくは $\alpha$ -オレフィン例えば1-ブテン、1-ペンテン、1-ヘキセン、4-メチル-1-ペンテン、1-オクテン等との共重合体があげられる。当該共重合体は、ランダム共重合体でもブロック共重合体でもよい。当該ポリプロピレン樹脂は、例えば三塩化チタン、四塩化チタン等の遷移金属化合物触媒成分またはそれらを塩化マグネシウム等のハロゲン化マグネシウムを主成分とする担体に担持させてなる触媒成分とトリエチルアルミニウム、ジエチルアルミニウムクロリド等の有機アルミニウム化合物とを組み合わせる触媒系を用いて調製される。当該ポリプロピレン樹脂のメルトフローレート（JISK7210、荷重 $2.16 \text{ kg}$ 、 $230^\circ\text{C}$ 、以下MFRという）は、 $0.1 \sim 100 \text{ g/10分}$ のもの

が通常用いられる。

【0008】上記樹脂に、結晶核剤、フェノール系酸化防止剤やイオウ系酸化防止剤等の酸化防止剤、紫外線吸収剤、光安定剤、無機充填剤、帯電防止剤、防曇剤、アンチプロツキング剤、滑剤、顔料、染料等の添加剤を適宜必要に応じて添加してもよい。

【0009】本発明のグラフト化不織布積層体は、上記で得られた三層構造の不織布積層体に、放射線またはプラズマ照射により、ラジカル重合性化合物をグラフト重合させることにより得ることができる。ここに、放射線とは、 $\alpha$ 線、 $\gamma$ 線、 $\beta$ 線（電子線）、中性子線、X線などを意味する。これら放射線のうちでは、取り扱いおよびグラフト効率から電子線が好ましい。電子線の照射条件は、加速電圧が150～5000kV、好ましくは200～1000kV、照射線量5～500kGy、好ましくは50～200kGy程度が適当である。照射線量が5kGy未満では、グラフトが充分に行われず、一方、500kGyを超えると、グラフト化率が向上せず、基材の劣化が激しくなる。この照射は、通常空気雰囲気下、好ましくは不活性ガス、例えば窒素、アルゴン等の雰囲気下で行われる。また、プラズマ照射は、低温プラズマ処理方法で行われる。低温プラズマ方法は、高周波放電、マイクロ波放電等で、低圧の酸化性ガス例えば酸素またはこれに窒素、空気、アルゴン、ヘリウム等を混入したガスを励起させ、活性ガスを発生させ、これを前記の基材に接触させて行うことができる。その処理条件は、圧力が0.1～10torr、処理時間が15秒以上、好ましくは20～40秒である。ラジカル重合性化合物のグラフト化率は、50wt%迄とする。50wt%を超えると、保液効果がなく、また、不経済である。グラフトされない場合でも単層のものに比べて効果を示すことから下限は特に限定されないが、特に保液率の上昇が顕著に見られるのは、2wt%であり、従って好ましくは2～35wt%である。

【0010】上記ラジカル重合性化合物の例としては、不飽和カルボン酸またはその誘導体が挙げられる。不飽和カルボン酸またはその誘導体としては、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、エンドービスシクロ[2.2.1]ー5-ヘプテン-2, 3-ジカルボン酸（エンディック酸）、フマル酸、テトラヒドロフタル酸、イタコン酸、シトラコン酸、クロトン酸、イソクロトン酸等の不飽和モノあるいはジカルボン酸、またはその誘導体、例えば酸ハライド、アミド、イミド、無水物、エステル等が挙げられる。誘導体の具体例としては、塩化マレイニル、マレイミド、無水マレイン酸、無水エンディック酸、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、無水シトラコン酸、マレイン酸モノメチル、マレイン酸ジメチル等が挙げられる。また、本発明ではラジカル重合反応性のオリゴマー、例えば、重合性官能基を有するウレタン系オリゴマー、エーテル系オリゴマー、

エシテル系オリゴマー等をも使用することができる。

【0011】上記積層体のグラフト化方法は、前照射方法でも同時照射方法のどちらでもよい。特に好ましい実施態様として、当該三層構造の不織布積層体に、低級アルコールを15vol%以上添加した、極性を有するラジカル重合性化合物を含む溶液を接触させた後、放射線を照射し、当該ラジカル重合性化合物をグラフト重合させる。このように低級アルコールを使用することより、ポリオレフィン基材のような非極性の不織布積層体に対する極性を有するラジカル重合性化合物（以下、グラフトモノマーということもある）含有溶液（特に、水溶液）の当該積層体表面への塗布、含浸などが容易となるばかりではなく、孔内までにも当該溶液等を存在せしめ、前記保液特性を向上させることが容易となる。低級アルコールの具体例としては、メタノール、エタノール、2-プロパノール、1-プロパノール等が挙げられる。メタノール、エタノール、2-プロパノールが、グラフト処理の効率の良さから好ましい。

【0012】グラフト処理に際しては、グラフトモノマーは通常水その他の溶媒と当該低級アルコールで希釈され、三層構造の不織布積層体に対し塗布、含浸、噴霧などの方法で、接触される。当該低級アルコールの希釈溶媒全体中の好ましい配合比率は、15vol%以上好ましくは20vol%以上である。15vol%未満では、ポリオレフィン基材のような非極性の不織布積層体に対する極性を有するグラフトモノマー溶液（特に、水溶液）の当該積層体表面への塗布、含浸などが難しくなるばかりではなく、孔内までにも当該溶液等を存在せしめる事が難しくなり、前記保液特性を向上させることが難しくなる。希釈溶媒は、低級アルコールのみからなってもよい。配合比率は、個々の低級アルコールにより異なり、例えばメタノールについては、50vol%以上好ましくは60vol%以上、エタノールについては、25vol%以上好ましくは40vol%以上、2-プロパノール外については、15vol%以上好ましくは20vol%以上であることが好ましく、この範囲を逸脱する時には、グラフトモノマー溶液の界面張力を低下させ、塗布/含浸などを容易にし、孔内までにも当該溶液等を存在せしめ得ることが難しくなり、前記保液特性を向上させることが難しくなる。また、グラフトモノマーの配合比は、不織布積層体の用途により選択されるが、短時間でかつ均一にグラフトさせる為には、当該低級アルコール含有希釈溶媒100容量部に対して5～100容量部が好ましく、より短時間でかつ均一にグラフトさせる為には、10～50容量部がより好ましい。

【0013】

【実施例】以下、本発明を実施例および比較例により詳細に説明する。

【0014】なお、以下の実施例および比較例において用いた不織布は、次の構成からなるものである。



M15: PP製メルトブロー不織布、目付け15 g/m<sup>2</sup>、繊維径5 μm、充填率16%

M45: PP製メルトブロー不織布、目付け45 g/m<sup>2</sup>、繊維径5 μm、充填率13%

S15: PP製乾式サーマルボンド不織布、目付け15 g/m<sup>2</sup>、繊維径19 μm、充填率24%

S20: PP製乾式サーマルボンド不織布、目付け20 g/m<sup>2</sup>、繊維径19 μm、充填率24%

S45: PP製乾式サーマルボンド不織布、目付け45 g/m<sup>2</sup>、繊維径20 μm、充填率20%

【0015】また、実施例および比較例における試料の調整は次の方法に従って行った。また、物性値の測定方法は、次の通りである。

試料の調整: 温度40℃の乾燥機中で予備乾燥を行い、水分率を公定水分率以下にする(JIS-L1096; 一般織物試験方法に準拠)。その後温度23℃、湿度60%の試験室に放置し、水分平衡に調整する(JIS-Z8703; 試験場所の標準状態に準拠)。

(1) グラフト化率(wt%): グラフト反応前後の重量変化量より次式に基づき算出した。

$$\text{グラフト化率 (wt\%)} = (W_2 - W_1) / W_1 \times 100$$

W<sub>1</sub>: 反応前の重量(g)

W<sub>2</sub>: 反応後の重量(g)

(2) 保液率: カレンダー処理により厚さ0.18~0.20mmとした試料を、100X100mmの大きさに採取し、この試験片を比重1.3のKOH水溶液中に1時間浸漬し、液から引き上げて10分後の試験片の重量を浸漬前の重量と比較して重量増加率を求め、保液率とした。

(3) 加圧後保液率: カレンダー処理により厚さ0.18~0.20mmとした試料を、100X100mmの大きさに採取し、この試験片を比重1.3のKOH水溶液中に1時間浸漬した後取り出し、ろ紙ではさみ、ハンドプレスで1分間加圧(50 kg/cm<sup>2</sup>)する。その後試験片の重量を測定し、測定前に対する重量増加率をもって加圧保液率とした。

#### 【0016】実施例1

M15 (PP製メルトブロー不織布、目付け15 g/m<sup>2</sup>、繊維径5 μm、充填率16%) / S15 (PP製乾式サーマルボンド不織布、目付け15 g/m<sup>2</sup>、繊維径19 μm、充填率24%) / M15 (PP製メルトブロー不織布、目付け15 g/m<sup>2</sup>、繊維径5 μm、充填率16%) の順に不織布を積層し、端面をインパルスシーラーにより圧着し、1枚の積層体とした。この三層構造の積層体の保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

#### 【0017】実施例2

実施例1で得られた三層構造の積層体を用いて含浸溶液に3分間含浸させ、クリアランス300 μm、圧力6 k

g/cm<sup>2</sup>の絞りロールを通じることにより含浸溶液量を均一にした後、電子線同時照射法によりアクリル酸を次の条件下でグラフト重合させた。

電子線照射条件; 加速電圧500 kV、照射線量50 kGyで、空气中照射

グラフト条件; 含浸溶液組成比(vol%)

アクリル酸: DVB: IPA: H<sub>2</sub>O = 20: 0.6: 20: 60

但し、DVB・・・ジビニルベンゼン、IPA・・・イソプロピルアルコール

溶液温度35℃

グラフト反応後に、水洗、乾燥処理を施し、グラフト率が10wt%のグラフト化不織布積層体を得、その保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

#### 【0018】実施例3

実施例1において、S15の不織布に代え、S20 (PP製乾式サーマルボンド不織布、目付け20 g/m<sup>2</sup>、繊維径19 μm、充填率24%) 不織布とした以外は、実施例1と同様にして、三層構造の不織布積層体を得、その保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

#### 【0019】実施例4

実施例3で得られた三層構造の不織布積層体を用いて、グラフト率が7wt%となるようにした以外は実施例2と同様にして、グラフト反応を行い、グラフト化不織布積層体を得、その保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

#### 【0020】実施例5

実施例2において、グラフト率を31, 2wt%となるようにした以外は、実施例2と同様にして三層構造のグラフト化不織布積層体を得、その保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

#### 【0021】実施例6

実施例1において、S15の不織布に代え、S45 (PP製乾式サーマルボンド不織布、目付け45 g/m<sup>2</sup>、繊維径20 μm、充填率20%) 不織布とした以外は、実施例1と同様にして、三層構造の不織布積層体を得、その保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

#### 【0022】実施例7

実施例6で得られた三層構造の不織布積層体を用いて、グラフト率が8wt%となるようにした以外は実施例2と同様にして、グラフト反応を行い、グラフト化不織布積層体を得、その保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

#### 【0023】実施例8

実施例2において、グラフト率を3wt%となるようにした以外は、実施例2と同様にして三層構造のグラフト化不織布積層体を得、その保液率および加圧後保液率を

測定した。その結果を表1に示す。

【0024】比較例1

M45 (PP製メルトブロー不織布、目付け45g/m<sup>2</sup>、繊維径5μm、充填率13%) 不織布のみを用いて基布を構成した。この単層構造の基布の保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

【0025】比較例2

比較例1で得られた単層構造の基布を用いて、実施例2と同様にして、グラフト反応を行い、同様に水洗、乾燥処理を施し、前記測定方法に従いグラフト率を求め、また、その保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

【0026】比較例3

比較例1において、M45の不織布に代え、S45 (P\*

\* P製乾式サーマルボンド不織布、目付け45g/m<sup>2</sup>、繊維径20μm、充填率20%) 不織布とした以外は、同様にして基布を構成した。この単層構造の基布の保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

【0027】比較例4

比較例3で得られた単層構造の基布を用いて、実施例2と同様にして、グラフト反応を行い、同様に水洗、乾燥処理を施し、前記測定方法に従いグラフト率を求め、また、その保液率および加圧後保液率を測定した。その結果を表1に示す。

【0028】

【表1】

例No. 項目	実施例							
	1	2	3	4	5	6	7	8
積層体構成 (目付けを 基準とした 割合)	M15 (33.3%) S15 (33.3%) M15 (33.3%)	同左	M15 (30%) S20 (40%) M15 (30%)	同左	M15 (33.3%) S15 (33.3%) M15 (33.3%)	M15 (20%) S45 (60%) M15 (20%)	同左	M15 (33.3%) S15 (33.3%) M15 (33.3%)
グラフト化率 (wt %)	—	10	—	7	31.2	—	8	3
保液率 (wt %)	337	453	355	439	842	381	482	399
加圧後 保液率 (wt %)	20	52	22	49	110	25	59	34

例No. 項目	比較例			
	1	2	3	4
基布 構成	M45	同左	S45	同左
グラフト化率 (wt %)	—	8	—	9
保液率 (wt %)	51	288	74	323
加圧後 保液率 (wt %)	2	30	1	24

【0029】表1に示す結果から、本発明の実施例によれば、電解液の保液率が向上し、かつ、加圧後の電解液の保液率も向上され、従って、電解液の保液特性に優れた不織布積層体を得られ、グラフト化により、より一層電解液の保液率が向上し、かつ、加圧後の電解液の保液率も向上されることが判る。

【0030】

【発明の効果】以上、本発明によれば、保液特性に優れ

た不織布積層体を得られ、グラフト化に際して、従来よりも低グラフト化率で充分な保液特性のものを得ることが可能であるので、グラフト化に際して、放射線照射条件等において、基材を劣化させるようなより厳しい条件にする必要もなく、グラフト化反応時間の短縮から生産効率を向上することができる。本発明の不織布積層体は、電解液の保液性に優れているので、特に、アルカリ電池のセパレータ、就中、保液特性が厳しく要求される

(7)

特開平7-290627

11

ニッケル系(Ni-Cd、Ni-MH)二次電池用セパ  
レータとして有用であるが、その保液特性の向上から、

12

他に、フィルター、各種分離膜、各種吸水材・吸油材等  
にも利用可能である。

---

フロントページの続き

(51)Int. Cl. <sup>5</sup>

H01M 2/16

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

L

G

